IZSAM G.CAPORALE
TERAMO

Ottimizzazione di metodi analitici per la determinazione di contaminanti ambientali in alimenti per l'infanzia e valutazione dei relativi livelli di contaminazione

(codice progetto IZSAM 04/14 RC)

L. Annunziata – CIFIV, 14 giugno 2018

INTRODUZIONE

- La sicurezza alimentare è concepita come un sistema per garantire la salubrità degli alimenti lungo tutta la filiera

- Particolare attenzione va riservata agli alimenti per l'infanzia che sono destinati ad individui 'vulnerabili' a causa dell'immaturità dei sistemi enzimatici deputati alla detossificazione e alla suscettibilità del sistema nervoso, immunitario, endocrino

- La maggiore esposizione al rischio di sostanze nocive è dovuta all'elevata quantità di cibo assunta rispetto al peso corporeo

INTRODUZIONE

- I primi alimenti, oltre al latte, introdotti nella dieta dei lattanti (0-12 mesi) sono:

  - passati di verdure
  - creme di cereali
  - purea di frutta
  - carne omogeneizzata

- E' necessario valutare l'esposizione dei lattanti ai contaminanti assunti con la dieta

INTRODUZIONE

Contaminanti ambientali studiati:

- micotossine (prodotte naturalmente da muffe presenti sulle piante, nei campi e in fase di stoccaggio)
- arsenico inorganico (presente ad alte concentrazioni nel riso ed altri cereali)
- antiparassitari (in particolare quelli vietati in alimenti a base di cereali destinati ai lattanti e ai bambini)

INTRODUZIONE

- I dati relativi ai livelli di contaminazione di tali sostanze negli alimenti per l'infanzia sono scarsi

- C'è la necessità di monitorare i livelli di micotossine (in particolare quelle emergenti), arsenico inorganico ed antiparassitari

OBIETTIVI DEL PROGETTO

- Ottimizzazione e validazione dei metodi analitici per la determinazione di micotossine emergenti, arsenico inorganico e antiparassitari negli alimenti per l'infanzia

- Applicazione dei metodi analitici per il monitoraggio di campioni di alimenti per l'infanzia al fine di valutare i livelli di contaminazione:

  - sono stati analizzati 20 campioni di biscotti, 21 campioni di creme, 26 campioni di pastine

MICOTOSSINE EMERGENTI

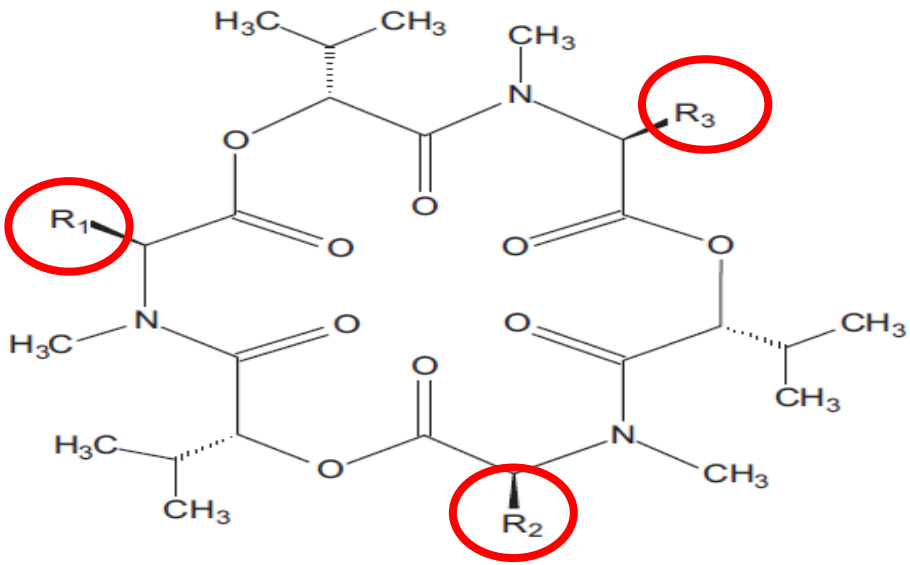
- Sono prodotte da diverse specie del genere *Fusarium*: *beauvericina, enniatine A - A1 - B - B1*

- Vengono definite 'emergenti' per distinguerle da quelle cosiddette 'tradizionali' come i tricoteceni, lo zearalenone e le fumonisine prodotte sempre dal genere *Fusarium*

- Questi funghi proliferano in aree calde-umide e contaminano i cereali

- Negli ultimi 10 anni contaminazioni da micotossine emergenti si sono verificate in diversi paesi del mediterraneo (Spagna, Croazia, Italia, Marocco, Tunisia), in USA, Asia e Australia

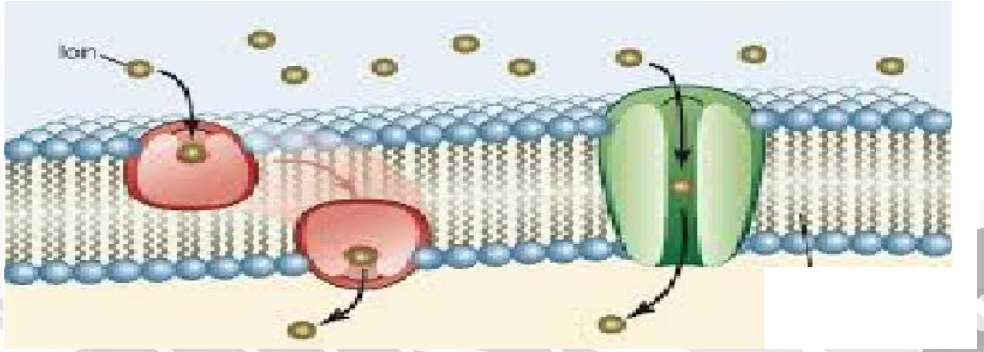
MICOTOSSINE EMERGENTI



	R_1	R_2	R_3
BEA	Phenilmethyl	Phenilmethyl	Phenilmethyl
ENA	*sec*-butyl	*sec*-butyl	*sec*-butyl
ENA_1	*sec*-butyl	*sec*-butyl	*iso*-propyl
ENB	*iso*-propyl	*iso*-propyl	*iso*-propyl
ENB_1	*iso*-propyl	*iso*-propyl	*sec*-butyl

MICOTOSSINE EMERGENTI

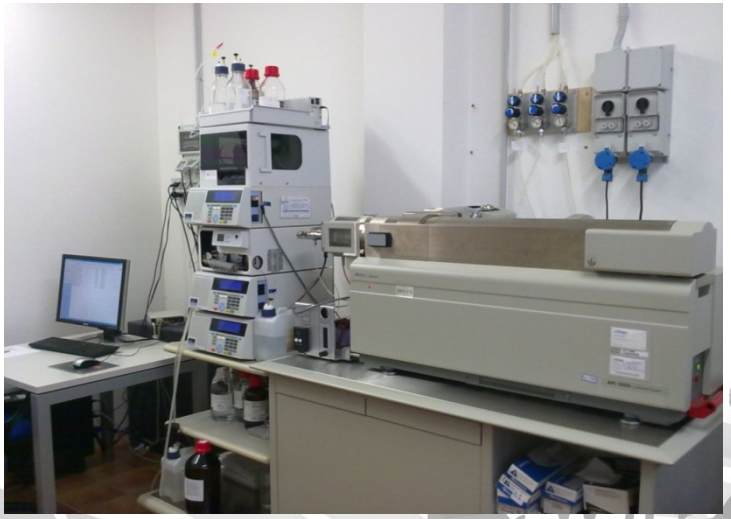
- Appartengono alla famiglia dei depsipeptidi con PM compreso tra 600 - 800
- Agiscono come ionofori trasportando ioni monovalenti attraverso le membrane cellulari con conseguente alterazione del bilanciamento ionico ed effetti citotossici
- L'UE non ha ancora fissato limiti massimi per queste micotossine
- In letteratura sono disponibili pochi dati di contaminazione relativi a farine di cereali o pasta



MICOTOSSINE EMERGENTI

Procedimento analitico

- 5 g di campione sono stati estratti con 50 ml di acetonitrile
- 5 ml di estratto sono stati purificati su una colonnina SPE C18
- Eluizione con 10 ml di una soluzione acetonitrile/ammonio formiato 20 mM in metanolo (50/50, v/v)
- Analisi in LC/MS-MS



MICOTOSSINE EMERGENTI
Validazione del metodo

- Il metodo è stato validato in accordo con il Regolamento n. 401/2006/CE e la Decisione 2002/657/CE

- I parametri di validazione.
  - ***linearità***: valutata su 7 punti compresi tra 1.56-100 µg/kg
  - ***specificità***: valutata su 20 differenti campioni per ciascuna tipologia di matrice
  - ***LOD-LOQ***: valutati su 2 differenti livelli di fortificazione, 8 replicati
  - ***ripetibilità***: valutata su 5 differenti livelli (1.25-2.5-5-10-20 µg/kg), 6 replicati per livello
  - ***riproducibilità***: valutata in 2 differenti sedute analitiche

MICOTOSSINE EMERGENTI

Risultati di validazione biscotti

ANALITA	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	livelli di fortificazione (µg/kg)	recuperi % (n=12)	ripetibilità (%RSD) (n=6)	riproducibilità (%RSD) (n=12)
beauvericina	0.15	0.30	1.25 2.5 5 10 20	85.7 88.7 86.2 87.1 89.0	9.8 2.9 6.4 4.5 5.1	9.9 6.3 7.2 7.2 7.4
enniatina A	0.15	0.30	1.25 2.5 5 10 20	85.7 88.7 86.2 87.1 89.0	7.2 2.8 5.8 6.7 5.1	9.9 6.3 7.2 7.2 7.4
enniatina A1	0.30	.,60	1.25 2.5 5 10 20	83.5 90.0 85.8 87.7 87.1	7.2 2.8 5.6 6.7 5.1	6.1 7.8 8.5 7.5 5.3
enniatina B	0.30	0.60	1.25 2.5 5 10 20	87.2 86.0 89.7 85.1 86.8	5.5 9.4 5.7 4.8 6.1	10.7 8.0 5.0 7.1 5.6
enniatina B1	0.30	0.60	1.25 2.5 5 10 20	81.4 88.6 84.7 86.0 85.2	9.4 5.2 5.4 5.3 54	10.4 10.9 10.2 7.7 6.9

MICOTOSSINE EMERGENTI

Risultati di validazione creme

ANALITA	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	livelli di fortificazione (µg/kg)	recuperi % (n=12)	ripetibilità (%RSD) (n=6)	riproducibilità (%RSD) (n=12)
beauvericina	0.15	0.30	1.25 2.5 5 10 20	92.4 88.5 102.6 93.7 99.2	11.6 10.1 8.2 13.4 9.2	8.7 16.1 6.2 12.2 7.9
enniatina A	0.15	0.30	1.25 2.5 5 10 20	88.8 91.5 96.6 96.1 100.7	9.8 9.8 3.0 9.4 3.0	8.4 11.4 11.6 8.8 6.1
enniatina A1	0.30	.,60	1.25 2.5 5 10 20	105.0 98.0 99.2 103.9 103.5	4.6 5.4 4.8 3.6 2,4	6.0 6.4 5.4 3.2 3.0
enniatina B	0.30	0.60	1.25 2.5 5 10 20	97.6 98.4 99.2 99.9 102.6	9.1 8.4 3.5 6.5 6.0	7.3 6.1 7.0 4.8 5.5
enniatina B1	0.30	0.60	1.25 2.5 5 10 20	80.5 89.9 99.7 100.6 102.5	7.3 10.2 1.5 5.9 5.1	6.8 10.8 9.8 4.9 4.3

MICOTOSSINE EMERGENTI

Risultati di validazione pastine

ANALITA	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	livelli di fortificazione (µg/kg)	recuperi % (n=12)	ripetibilità (%RSD) (n=6)	riproducibilità (%RSD) (n=12)
beauvericina	0.15	0.30	1.25 2.5 5 10 20	82.7 81.4 79.2 83.3 88.6	3.0 4.4 6.5 5.3 6.5	8.7 10.7 8,0 8.1 7.3
enniatina A	0.15	0.30	1.25 2.5 5 10 20	84.8 89.3 91.6 93.1 88.5	6.8 4.8 10.8 10.0 2.6	8.8 4.6 8.7 7.3 7.2
enniatina A1	0.30	.,60	1.25 2.5 5 10 20	89.9 90.0 84.0 90.1 90.3	3.0 7.4 8.2 6.0 5.5	17.4 7.4 7.6 4.6 4.6
enniatina B	0.30	0.60	1.25 2.5 5 10 20	100.0 90.0 84.3 92.0 92.5	1.7 1.5 7.9 8.2 3.2	6.9 5.5 11.2 6.8 2.9
enniatina B1	0.30	0.60	1.25 2.5 5 10 20	81.9 84.4 89.3 88.2 88.1	2.8 3.8 5.8 5.7 4.9	10.2 6.9 10.1 5.9 3.3

MICOTOSSINE EMERGENTI

Risultati di monitoraggio biscotti (n=20)

ANALITA	<LOD (negativi)	<LOQ (non quantificabili)	>LOQ (% positivi)
beauvericina	65	25	10% (0.32 – 0.41 microg/kg)
enniatina A	50	50	-
enniatina A1	95	5	-
enniatina B	10	-	90% (0.63 ÷ 11.3 microg/kg)
enniatina B1	70	-	30% (0.65 ÷ 2.2 microg/kg)

MICOTOSSINE EMERGENTI

Risultati di monitoraggio creme (n=21)

ANALITA	<LOD (negativi)	<LOQ (non quantificabili)	>LOQ (% positivi)
beauvericina	66.7%	23.8%	9.5% (0.32 – 0.46 microg/kg)
enniatina A	95.2%	4.8%	-
enniatina A1	90.4%	4.8%	4.8% (1.1 microg/kg)
enniatina B	9.5%	57.1%	33.4% (0.61 ÷ 3.1 microg/kg)
enniatina B1	90.4%	4.8%	4.8% (2.3 microg/kg)

MICOTOSSINE EMERGENTI

Risultati di monitoraggio pastine (n=26)

ANALITA	<LOD (negativi)	<LOQ (non quantificabili)	>LOQ (% positivi)
beauvericina	73.1%	7.7%	19.2% (0.33 ÷ 1.1 microg/kg)
enniatina A	100%	-	-
enniatina A1	96.2%	3.8%	-
enniatina B	80.8%	11.5%	7.7% (0.61 ÷ 0.93 microg/kg)
enniatina B1	80.8%	7.7%	11.5% (0.67 ÷ 2.4 microg/kg)

MICOTOSSINE EMERGENTI

Conclusioni

- La enniatina B risulta essere la micotossina emergente maggiormente presente nei biscotti e nelle creme come riscontrato nella pasta (Food Control, 2013, 32: 105-114)

- La positività più alta riscontrata (11.3 µg/kg nei biscotti) è dovuta alla presenza di enniatina B

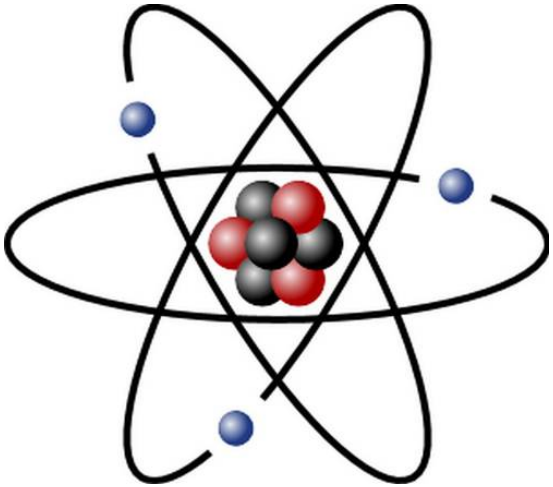
- I valori riscontrati negli alimenti per l'infazia sono ben al di sotto dei valori riportati in letteratura per cereali (75 - 480 µg/kg) o prodotto a base di cereali (72 - 464 µg/kg)

IZSAM G.CAPORALE
TERAMO

ARSENICO INORGANICO

INTRODUZIONE

- Si definisce speciazione di un elemento la distribuzione di un elemento nelle sue diverse specie chimiche



- La specie chimica di un elemento chimico è la specifica forma di un elemento definita come la sua composizione isotopica, stato di ossidazione o stato elettronico

INTRODUZIONE

- I metalli in tracce giocano un ruolo molto importante nel funzionamento della vita nel nostro pianeta

- Alcuni elementi sono altamente tossici per molte forme di vita, altri sono considerati essenziali ma possono diventare tossici ad alte dosi

- Molti di questi effetti dipendono fortemente dalla forma particolare nella quale il metallo è presente nel sistema, ad esempio:

- gli ioni di Cr VI sono considerati molto più tossici di quelli del Cr III

- il metilmercurio e il mercurio inorganico sono tossici ma mostrano differenti impatti di tossicità

IUPAC, Guidelines for terms related to chemical speciation and fractionation of elements. Definitions, structural aspects, and methodological approaches. (IUPAC Recommendations 2000) Pure Appl. Chem., Vol. 72, No. 8, pp. 1453–1470, 2000 2000 IUPAC

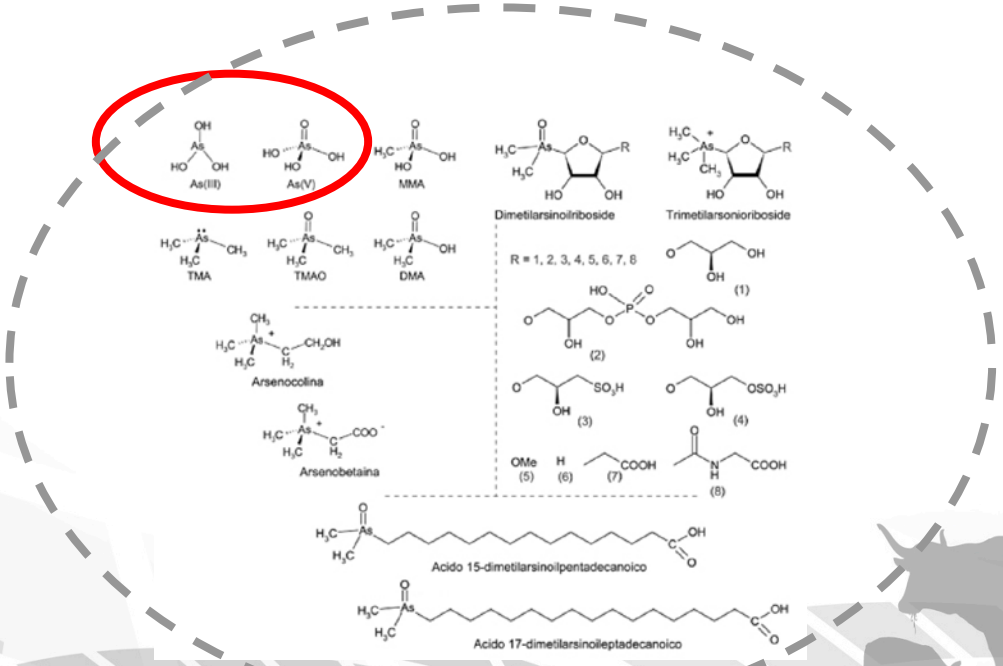
INTRODUZIONE

É quindi necessario determinare analiticamente le diverse forme in cui si presenta il metallo per poter misurare l'effettiva tossicità della matrice che lo contiene

Tecniche analitiche relativamente nuove permettono ad oggi di effettuare queste analisi dette di "speciazione"

SPECIAZIONE DELL'As

- L'arsenico è altamente tossico nella sua forma inorganica
- L'esposizione a lungo termine all'arsenico inorganico mediante acqua potabile e cibo può causare cancro, lesioni cutanee, malattie cardiovascolari e diabete
- L'esposizione in utero e nella prima infanzia è stata collegata a impatti negativi sullo sviluppo cognitivo e ad aumenti di mortalità nei giovani



L'EFSA da qualche anno chiede dati relativi a…..

European Food Safety Authority

EFSA Journal 2014;12(3):3597

SCIENTIFIC REPORT OF EFSA

Dietary exposure to inorganic arsenic in the European population[1]

European Food Safety Authority[2, 3]

European Food Safety Authority (EFSA), Parma, Italy

ABSTRACT

Arsenic is a ubiquitous metalloid present at low concentrations in rocks, soil and natural ground water. A total of 103 773 food samples (including drinking water) were used to calculate dietary exposure to inorganic arsenic (iAs). Of these, 101 020 were based on total arsenic (tAs) and 2 753 on iAs. Among the reported results on tAs, 66.1 % were below the limit of detection or quantification (left-censored); for the reported data on iAs the percentage of left-censored data was 41.9 %. Most of the data (92.5 %) reported as tAs were converted to iAs using different approaches before calculating dietary exposure to iAs. The EFSA Comprehensive European Food Consumption Database was used to estimate chronic dietary exposure to iAs using 28 surveys from 17 European countries. According to the scenarios used for the treatment of left-censored data, mean dietary exposure among infants, toddlers and other children ranged from 0.20 to 1.37 µg/kg b.w. per day, while the 95th percentile dietary exposure estimates ranged from 0.36 to 2.09 µg/kg b.w. per day. Mean dietary exposure among the adult population (including adults, elderly and very elderly) ranged from 0.09 to 0.38 µg/kg b.w. per day, and 95th percentile dietary exposure estimates ranged from 0.14 to 0.64 µg/kg b.w. per day. For all the age classes except infants and toddlers, the main contributor to dietary exposure to iAs was the food group 'Grain-based processed products (non rice-based)', in particular, wheat bread and rolls. Other food groups that were important contributors to iAs exposure were rice, milk and dairy products (main contributor in infants and toddlers), and drinking water. The most important sources of uncertainty in the present assessment are related to the heterogeneity of the food consumption data, the conversion of tAs into iAs and to the treatment of the left-censored data.

© European Food Safety Authority, 2014

https://efsa.onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.203/j.efsa.2014.3597

IZSAM G.CAPORALE TERAMO

….e nel 2015….

REGOLAMENTO (UE) 2015/1006 DELLA COMMISSIONE del 25 giugno 2015 recante modifica del regolamento (CE) n. 1881/2006 per quanto riguarda i tenori massimi di arsenico inorganico nei prodotti alimentari

JECFA

JOINT FAO/WHO EXPERT COMMITTEE ON FOOD ADDITIVES

«…i dati hanno dimostrato che l'arsenico inorganico provoca il cancro del polmone e della vescica, oltre che della pelle, ed è stata segnalata una serie di effetti negativi con esposizioni inferiori a quelle esaminate dal JECFA»

«…….le cialde di riso, i cracker di riso e i dolci di riso possono contenere tenori elevati di arsenico inorganico, e questi prodotti possono contribuire significativamente all'esposizione alimentare dei lattanti e dei bambini»

Prodotti alimentari ([1])		Tenori massimi (mg/kg di peso fresco)
3.5	**Arsenico (inorganico)** ([50]) ([51])	
3.5.1	Riso lavorato non parboiled (riso brillato o bianco)	0,20
3.5.2	Riso parboiled e riso semigreggio	0,25
3.5.3	Cialde di riso, cialdine di riso, cracker di riso e dolci di riso	0,30
3.5.4	Riso destinato alla produzione di alimenti per i lattanti e i bambini ([3])	0,10

([50]) Somma di As(III) e As(V).

APPROCCIO ANALITICO

1) si è proceduto in prima istanza all'analisi dei campioni per determinare il contenuto di As totale mediante l'applicazione di un metodo standardizzato (UNI EN 15763:2010)
2) successivamente i campioni risultati positivi per As totale sono stati successivamente processati per iAs

ICPMS

As totale

FI-HG-AAS

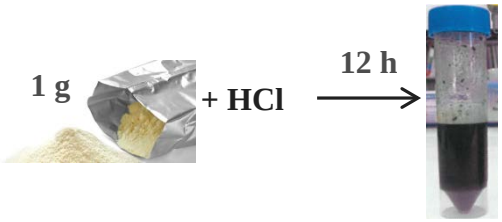
iAs

L'analisi per determinare l'iAs è stata effettuata utilizzando un metodo che prevede l'utilizzo della tecnica di spettrofotometria ad assorbimento atomico abbinata alla flow injection (FI-HG-AAS)

METODO PER DETERMINARE iAS

Il metodo applicato prevede l'estrazione del campione con una soluzione ad alta concentrazione di HCl (idrolisi) al fine di denaturare le proteine presenti nella matrice e permettere il rilascio di tutte le specie dell'arsenico. La successiva partizione liquido-liquido con cloroformio permette l'estrazione dell'arsenico inorganico la cui determinazione è poi eseguita mediante spettrofotometria di assorbimento atomico accoppiata alla flow injection (FI-HG-AAS)

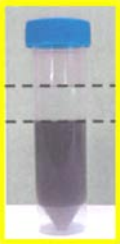
1. Idrolisi



2. Partizione liquido liquido

3. Purificazione fase cloroformio

4. Estrazione della fase acida



5. Aggiunta di miscela riducente e Mineralizzazione per 12h a 425° C

6. FI-HG-AAS

VALIDAZIONE METODO

- il metodo FI-HG-AAS è stato validato partecipando ad uno studio collaborativo organizzato dall'EURL-HM condotto in conformità con i protocolli internazionali per determinare le caratteristiche di prestazione di un metodo analitico per la quantificazione dell'arsenico inorganico negli alimenti

- allo studio collaborativo denominato "Determination of inorganic arsenic in food by flow injection hydride generation atomic absorption spectrometry (FI-HG-AAS)" hanno partecipato 13 laboratori europei

https://ec.europa.eu/jrc/sites/jrcsh/files/IMEP-41%20Final%20report1.pdf

VALIDAZIONE METODO

- lo studio collaborativo prevedeva l'analisi di materiali di riferimento certificati che coprivano un'ampia gamma di matrici tra cui le matrici di nostro interesse: riso (IMEP-107 e ERM-BC211) e grano (IMEP-112)

- durante lo studio di validazione interlaboratorio sono stati ottenuti dati di ripetibilità (RSD_r% 4.1 - 10.3 %) e di riproducibilità (RSD_R% 6.1 - 22.8 %) che dimostrano, in termini di precisione ed esattezza, l'idoneità del metodo analitico utilizzato per la determinazione di iAs, nell'intervallo di concentrazione compreso tra 0.074 – 7.55 mg/kg

https://ec.europa.eu/jrc/sites/jrcsh/files/IMEP-41%20Final%20report1.pdf

RISULTATI iAS

- in prima battuta sono stati analizzati per As totale tutti i 67 campioni di alimenti per l'infanzia (creme, biscotti, pastine) analizzati per As totale:
  - 34 sono risultati positivi (51%) con concentrazioni superiori al LOQ (0.0095 mg/kg)

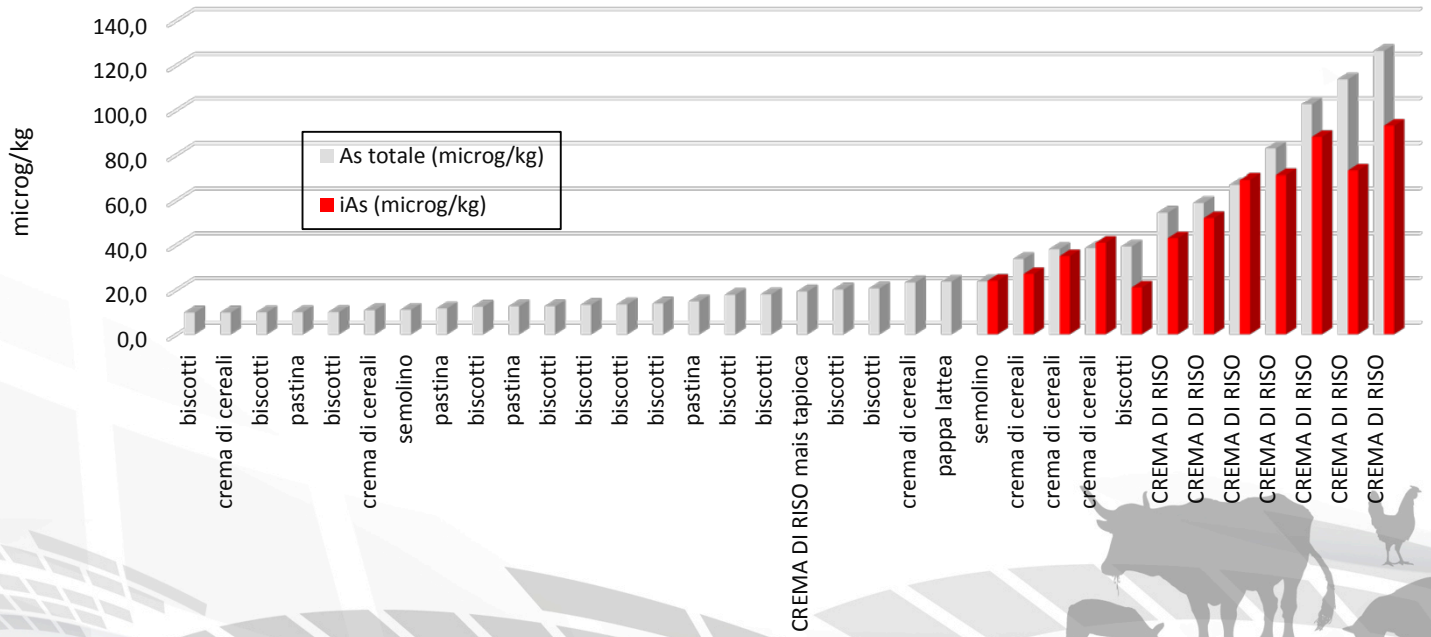
- in seconda battuta 34 campioni positivi per As totale sono stati analizzati per iAs:
  - 12 sono risultati positivi (18% sul totale) con concentrazioni superiori al LOQ (0.020 mg/kg)

- tutte le creme di riso (7campioni) sono risultati positive per iAs

RISULTATI iAs

- I tenori di As totale trovati vanno da un minimo di 9,8 microg/kg ad un massimo di 126 microg/kg, con una media pari a 32 microg/kg

- I tenori di iAs trovati vanno da un minimo di 24 microg/kg ad un massimo di 93 microg/kg, con una media pari a 53 microg/kg



CONCLUSIONI

RESEARCH & INNOVATION

European Commission

European Commission > Research & Innovation > Horizon > Topics > Health > Is there arsenic in yo

HORIZON
The EU Research & Innovation Magazine

HOME | KEY THEMES | VIEWS | TOPICS | MEDIA

HEALTH

Is there arsenic in your rice?

05 November 2015

by Helen Massy-Beresford

Rice absorbs arsenic from groundwater. Credit: Shutterstock/ Abonmuang

Around half the rice-based products aimed at children, including baby rice, rice crackers and cereals, contain arsenic in quantities that will exceed EU limits due to come into force on 1 January 2016, according to researchers who are investigating the prevalence of the carcinogen in food.

Nei campioni positivi l'iAs costituisce mediamente l'84% del tenore di As totale

I risultati ottenuti sono in linea con quanto riportato in letteratura

IZSAM G.CAPORALE
TERAMO

ANTIPARASSITARI

ANTIPARASSITARI

REGOLAMENTO (CE) N. 396/2005 DEL PARLAMENTO EUROPEO E DEL CONSIGLIO

del 23 febbraio 2005

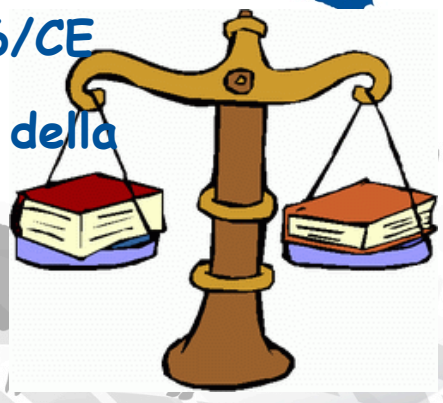
concernente i livelli massimi di residui di antiparassitari nei o sui prodotti alimentari e mangimi di origine vegetale e animale e che modifica la direttiva 91/414/CEE del Consiglio

(Testo rilevante ai fini del SEE)

.... fissa LMR pari a 0,01 mg/Kg per tutti gli antiparassitari

.... ad eccezione delle sostanze i cui livelli specifici di residui figurano nell'allegato VI della Direttiva 125/2006/CE

.... e delle sostanze vietate elencate nell'allegato VII della stessa direttiva



ANTIPARASSITARI
Legislazione

Antiparassitari con LMR specifico

Direttiva 125/2006/CE, allegato VI

Quantità massime specifiche dei residui di antiparassitari o dei metaboliti di antiparassitari negli alimenti a base di cereali e negli altri alimenti destinati ai lattanti

Denominazione chimica della sostanza	Livello massimo di residui (mg/Kg)
Cadusafos	0.006
Demeton-S-methyl/Demeton-S-methyl-sulfone/Oxydemeton methyl (isolatamente o assieme, espressi in Demeton-S-methyl)	0.006
Ethoprophos	0.008
Fipronil (somma di Fipronil e Fipronil-desulfinyl, espressa in Fipronil)	0.004
Propineb/Propilenthiourea (somma di Propineb e Propilenthiourea)	0.006

ANTIPARASSITARI
Legislazione

Antiparassitari Vietati

Direttiva 125/2006/CE, allegato VII, tabelle 1 e 2

Antiparassitari che non devono essere utilizzati in prodotti agricoli destinati alla produzione di alimenti a base di cereali e degli altri alimenti per lattanti

Tabella 1

Denominazione chimica della sostanza (definizione del residuo)
Disulfoton (somma di Disulfoton, Disulfoton sulfone e Disulfoton sulfoxide, espressa in Disulfoton)
Fensulfothion (somma di Fensulfothion, del suo analogo d'ossigeno e dei loro solfoni, espressa in Fensulfothion)
Fentin, espresso in cationi di trifenilstagno
Alossifop (somma di Alossifop, dei suoi sali ed esteri, compresi i composti, espressi in Alossifop)
Heptachlor e trans-heptachlor, espressi in Heptachlor
Hexachlorobenzene
Nitrofen
Omethoate
Terbufos (somma di Terbufos, del suo sulfoxide e sulfone, espressa in Terbufos)

Tabella 2

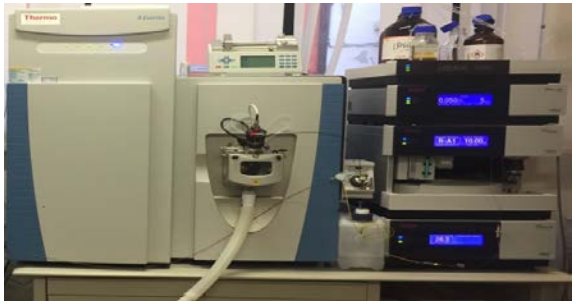
Denominazione chimica della sostanza
Aldrin e Dieldrin, espressi in Dieldrin
Endrin

ANTIPARASSITARI
Metodo analitico

Il metodo è stato sviluppato e validato per la ricerca i 276 pesticidi mediante tecniche di spettrometria di massa liquida e gassosa sulla base del metodo UNI EN 15662:2009 (Foods and plant. Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS-MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE-QuEChERS-method)

GC-MS/MS

LC-HRMS



Tra gli analiti presi in considerazione sono compresi quelli previsti dalla Direttiva 125/2006

ANTIPARASSITARI
Validazione

Il metodo è stato validato in accordo con il documento
SANTE n. 11813/2017

- **ripetibilità**: 3 livelli di fortificazione 0.002-0.010 e 0.100 mg/kg
- **specificità**: 21 campioni (7 pastine, 9 creme, 5 biscotti)
- **LOD e LOQ**: 2 livelli di fortificazione, 6 replicati
- **esattezza**: lo scostamento deve essere tra -30/+20%
- **linearità in matrice**: 7 livelli nell'intervallo 0.001-0.50 mg/kg su campione
- **incertezza di misura**: a partire dalle prove di ripetibilità

SANTE: Documento n°11813/2017 Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed

ANTIPARASSITARI
Validazione

Analita	LOD (mg/Kg)	LOD (mg/Kg)	I livello di fortificazione (2 mg/Kg)		II livello di fortificazione (10 mg/Kg)		III livello di fortificazione (100 mg/Kg)	
			Recupero %	RSD %	Recupero %	RSD %	Recupero %	RSD %
Aldrin	0.001	0.002	87	19.1	80	10.2	92.1	7.9
Cadusafos	0.002	0.002	104	9.6	109	9.7	112.1	12.2
Demeton-S-methyl	0.002	0.002	116	1.6	95	7.9	101.5	1.5
Demeton-S-methyl-sulfone	0.002	0.002	100	13.8	83	13.8	93.8	-6.2
Dieldrin	0.010	0.010	\	\	87	3.5	102.4	2.4
Oxydemeton-methyl	0.010	0.010	\	\	107	11.4	104.8	4.8
Disulfoton	0.001	0.002	90	14.2	102	4.5	\	\
Disulfoton sulfone	0.002	0.002	111	6.9	104	5.9	\	\
Disulfoton-sulfoxide	0.002	0.002	115	2.4	110	5.9	107.9	7.9
Endrin	0.010	0.010	\	\	106	11.5	112.1	5.7
Ethoprophos	0.002	0.002	116	2.0	114	3.0	110.1	10.1
Fensulfothion	0.002	0.002	116	6.0	98	7.7	101.7	1.7
Fensulfothion oxon	0.002	0.002	114	4.1	101	8.6	101.8	1.8
Fensulfothion oxon sulfone	0.002	0.002	105	7.8	96	11.4	101.6	1.6
Fensulfothion sulfone	0.002	0.002	117	8.5	96	9.9	105.3	5.3
Fipronil	0.002	0.002	88	15.9	100	11.8	96.4	-3.6
Fipronil desulfinyl	0.002	0.002	93	16.5	101	9.7	\	\
Hexachlorobenzene	0.001	0.002	110	5.2	107	6.3	101.5	1.5
Nitrofen	0.001	0.002	85	13.2	105	9.5	96.7	-3.3
Omethoate	0.002	0.002	108	18.1	72	16.6	92.9	-7.1
Terbufos	0.002	0.002	105	10.9	90	9.4	106.7	6.7
Terbufos sulfone	0.002	0.002	112	9.0	101	2.4	108.1	8.1
Heptachlor	0.002	0.002	78	16.8	72	20.0	78.3	-21.7
Heptachloroepoxide B	0.002	0.002	100	18.6	91	16.9	87.7	-12.3
Heptachloroepoxide A	0.002	0.002	100	18.1	86	9.3	88.3	-11.7
Terbufos sulfoxide	0.002	0.002	107	9.9	105	4.7	107.8	7.8

ANTIPARASSITARI
Proficiency Test

- Il metodo è stato utilizzato per l'analisi di un PT organizzato dal Laboratorio Comunitario di Riferimento

- Il test prevedeva la ricerca di 206 pesticidi a concentazioni comprese tra 0.002 e 0.010 mg/kg

- 17 pesticidi erano presenti con una concentrazione compresa tra 0.0067 mg/kg 0.024 mg/kg. I risultati hanno attribuito al nostro laboratorio z-scores compresi nell'intervallo tra 0-1 dando evidenza oggettiva che il metodo è adatto allo scopo in accordo con il documento SANTE 11813/2017

EUPT-VF-BF1
Omogeneizzato di pesca

http://www.eurl-pesticides.eu/docs/public/tmplt_article.asp?LabID=500&CntID=1038&Theme_ID=1&Pdf=False&Lang=EN

SANTE 11813/2017 guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed

ANTIPARASSITARI
Risultati del monitoraggio

- Dei 67 campioni di alimenti per l'infanzia analizzati per pesticidi 62 sono risultati non contenenti residui ad un livello superiore ai rispettivi LOD

- solo 5 campioni sono stati trovati residui di pesticidi inferiori all'LMR

	biscotti		creme		pastine	
Analita	numero campioni	conc (mg/kg)	numero campioni	conc (mg/kg)	numero campioni	conc (mg/kg)
Pirimiphos-methyl	1	0.0030			1	0.0030
Tebuconazole					2	0.0021 0.0036
Tricyclazole			1	0.0029		

Grazie per l'attenzione!!!